

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 2 年 1 月 1 1 日
Date of Application:

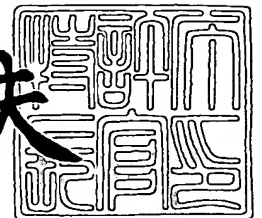
出 願 番 号 特 願 2 0 0 2 - 0 0 4 3 1 8
Application Number:
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 2 - 0 0 4 3 1 8]

出 願 人 三 菱 化 学 株 式 有 限 公 司
Applicant(s):

2 0 0 4 年 4 月 1 5 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 J07840

【提出日】 平成14年 1月11日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 B01D 3/00

【発明の名称】 精製易重合性化合物の製造方法

【請求項の数】 3

【発明者】

 【住所又は居所】 三重県四日市市東邦町 1 番地 三菱化学株式会社内

 【氏名】 矢田 修平

【発明者】

 【住所又は居所】 三重県四日市市東邦町 1 番地 三菱化学株式会社内

 【氏名】 高崎 研二

【発明者】

 【住所又は居所】 三重県四日市市東邦町 1 番地 三菱化学株式会社内

 【氏名】 小川 寧之

【発明者】

 【住所又は居所】 三重県四日市市東邦町 1 番地 三菱化学株式会社内

 【氏名】 鈴木 芳郎

【特許出願人】

 【識別番号】 000005968

 【氏名又は名称】 三菱化学株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100097928

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 岡田 数彦

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 003447

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9004854

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 精製易重合性化合物の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 粗製易重合性化合物を減圧条件下に蒸留処理して精製易重合性化合物を製造する方法において、蒸留塔と減圧発生装置との間の連結配管に減圧発生装置の排ガス配管が圧力調節弁を介して接続されて成る蒸留装置を使用し、そして、蒸留塔の圧力に基づいて圧力調節弁の作動を制御することにより、排ガスの導入量を調節して蒸留塔の圧力を一定範囲に制御することを特徴とする精製易重合性化合物の製造方法。

【請求項 2】 減圧発生装置が蒸気駆動式エジェクターである請求項 1 に記載の製造方法。

【請求項 3】 易重合性化合物が（メタ）アクリル酸またはそのエステルである請求項 1 に記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、精製易重合性化合物の製造方法に関し、詳しくは、例えば、（メタ）アクリル酸、（メタ）アクリル酸エステル等の易重合性化合物の粗製物から蒸留手段により精製物を製造する方法に関する。なお、上記の「（メタ）アクリル酸」の表記は、アクリル酸とメタクリル酸の一方または両方を意味する。

【0002】

【従来の技術】

アクリル酸は例えば次の様な方法で製造されている。すなわち、先ず、原料のプロピレンを気相接触酸化し、得られた酸化反応混合物を水で吸収してアクリル酸の水溶液を回収し、次いで、得られた水溶液を共沸剤の存在下に濃縮して粗アクリル酸を得、次いで、粗アクリル酸を減圧蒸留塔で精製して高純度のアクリル酸を回収する。

【0003】

アクリル酸エステルの場合は、先ず、酸性触媒の存在下にアクリル酸とアルコ

ールとを反応させ、次いで、得られた反応混合物を減圧蒸留塔で精製して高純度のアクリル酸エステルを回収する。そして、メタクリル酸とメタクリル酸エステルの場合は、原料としてイソブチレンを使用し、上記と同様のプロセスによって製造される。

【0004】

ところで、減圧蒸留塔の運転においては、減圧装置によって形成される蒸留塔内の減圧度を一定範囲に制御する必要がある、圧力制御は、蒸留塔の圧力に基づいて圧力調節弁の作動を制御することにより行なわれる。

【0005】

ところが、上記の様な易重合性化合物の場合、その凝縮液中での重合により圧力調節弁が閉塞し、蒸留塔の圧力制御に支障を来すという問題がある。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記実情に鑑みなされたものであり、その目的は、粗製易重合性化合物を減圧条件下に蒸留処理して精製易重合性化合物を製造する方法において、圧力調節弁の閉塞が防止され、しかも、減圧発生装置の排ガスに同伴された易重合性化合物を容易に回収し得る様に改良された精製易重合性化合物の製造方法を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】

すなわち、本発明の要旨は、粗製易重合性化合物を減圧条件下に蒸留処理して精製易重合性化合物を製造する方法において、蒸留塔と減圧発生装置との間の連結配管に減圧発生装置の排ガス配管が圧力調節弁を介して接続されて成る蒸留装置を使用し、そして、蒸留塔の圧力に基づいて圧力調節弁の作動を制御することにより、排ガスの導入量を調節して蒸留塔の圧力を一定範囲に制御することの特徴とする精製易重合性化合物の製造方法に存する。

【0008】

【発明の実施の形態】

以下、本発明を添付図面に基づいて詳細に説明する。図1は本発明の製造方法

で使用する蒸留装置の一例を示す説明図、図 2 は本発明の製造方法で使用する蒸留装置の他の一例を示す説明図、図 3 は本発明の製造方法で使用する蒸留装置の更に他の一例を示す説明図である。なお、図示した例においては、減圧発生装置として蒸気駆動式エジェクターが使用されている。

【0 0 0 9】

本発明の製造方法は、粗製易重合性化合物を減圧条件下に蒸留処理して精製易重合性化合物を製造する方法である。粗製易重合性化合物としては、例えば、（メタ）アクリル酸、（メタ）アクリル酸エステル等が挙げられ、これらは、前述した公知の製造方法によって粗製物として得られる。

【0 0 1 0】

図示する様に、蒸留塔（1）はその上部にコンデンサー（2）と還流槽（3）とを備えている。図 1 及び図 2 に示す蒸留装置の場合、1 基のコンデンサー（2）が設けられ、当該コンデンサーにより、蒸留塔（1）の塔頂からの留出ガスの必要な冷却が行なわれる。これに対し、図 3 に示す蒸留装置の場合、気相部同士が配管（9 9）で接続された 2 基のコンデンサー（2）及び（2 1）が設けられ、高温側のコンデンサー（2）により蒸留塔（1）の塔頂からの留出ガスの大部分の冷却が行なわれ、低温側のコンデンサー（2 1）によりコンデンサー（2）で凝縮し得なかったガスの冷却が行われる。斯かる再冷水方式によれば、コンデンサーの冷凍負荷の軽減が図られる。

【0 0 1 1】

蒸留塔（1）の塔頂からの留出ガスは、配管（9 1）によりコンデンサー（2）に導かれて凝縮される。得られた凝縮液は還流槽（3）に導かれる。還流槽（3）内の凝縮液は、配管（9 2）により 2 分され、その一部は還流液として蒸留塔（1）に循環され、残部は製品として取り出される。

【0 0 1 2】

蒸留塔（1）に付帯された還流槽（3）の気相部は、配管（9 3）によりエジェクター（4）に連結され、当該エジェクターにより蒸留塔（1）は所定の減圧状態に維持される。

【0 0 1 3】

エジェクター（４）は、その下流にコンデンサー（５）と液シールタンク（６）とを備えている。エジェクター（４）の駆動用蒸気は配管（９４）から導入される。エジェクター（４）から排出される蒸気は、配管（９５）によりコンデンサー（５）に導かれて凝縮される。得られた凝縮液は配管（９６）により液シールタンク（６）に導かれる。配管（９６）の先端は液シールタンク（６）の液中に位置し、これにより、液シールが達成されている。液シールタンク（６）の気相部からの排ガスは、配管（９８）から図示を省略した焼却炉に導かれて処理される。

【００１４】

本発明においては、蒸留塔（１）とエジェクター（４）との間の連結配管（９３）にエジェクター（４）の排ガス配管（９７）が圧力調節弁（８）を介して接続されて成る蒸留装置を使用する。蒸気駆動式エジェクターが使用されている図示した蒸留装置の場合、エジェクター（４）の排ガス配管（９７）の基端は、コンデンサー（５）の気相部に接続されている。すなわち、エジェクターの排ガスはコンデンサー（５）の気相部から取出される。

【００１５】

なお、排ガス配管（９７）には、図示する様に、蒸留塔（１）のリボイラー（図示せず）に導入される酸素含有ガス（重合禁止ガス）を抜き出すための分岐排ガス配管（９７ｂ）が接続されている。

【００１６】

圧力調節弁（８）の作動は、具体的には、圧力調節器（ＰＣ）（８１）からの信号に基づいて行なわれる。図１に示す蒸留装置の場合、圧力調節器（８１）の検出管（８２）はコンデンサー（２）の入口側の配管（９１）に接続され、図２及び図３に示す蒸留装置の場合、圧力調節器（８１）の検出管（８２）は還流槽（３）の気相部に接続されている。

【００１７】

本発明において、圧力調節器（８１）の検出管（８２）は、コンデンサー（２）の出口側の配管（９１）又は還流槽（３）の気相部に接続するのが好ましく、特に還流槽（３）の気相部に接続するのが好ましい。斯かる構成により、易重

合性化合物の凝縮液の重合による検出管（８２）自体の閉塞が防止される。

【００１８】

また、本発明においては、図示した様に、蒸留塔（１）とエジェクター（４）との間の連結配管（９３）に逆止弁（７）を設けるのが好ましい。逆止弁（７）は、エジェクター（４）のトラブルによる駆動停止の際に液シールタンク（６）内の液が還流槽（３）に逆流するのを防止する。この場合、逆止弁（７）が設けられる連結配管（９３）は水平に設置するのが好ましい。斯かる構成により、易重合性化合物の凝縮液の滞留が防止され、その結果、逆止弁（７）における易重合性化合物の凝縮液の重合による閉塞が防止される。

【００１９】

本発明においては、上記の様に構成された蒸留装置を使用し、そして、蒸留塔（１）の圧力に基づいて圧力調節弁（８）の作動を制御することにより、排ガスの導入量を調節して蒸留塔（１）の圧力を一定範囲に制御する。従って、圧力調節弁（８）においては、エジェクター（４）からの排ガスの流れにより、易重合性化合物の凝縮液の滞留が防止され、その重合による閉塞が防止される。また、易重合性化合物が含有されたエジェクター（４）からの排ガスが利用されるため、易重合性化合物の損失が防止される。更に、エジェクター（４）からの排ガス中の重合性化合物は液シールタンク（６）に回収される。なお、制御すべき蒸留塔（１）の圧力は、粗製易重合性化合物の蒸留条件として適宜選択される。

【００２０】

本発明において、減圧発生装置としては、図１～３に示した蒸気駆動式エジェクター（４）の他、液駆動式エジェクターや液封式ポンプを使用することも出来る。液駆動式エジェクターを使用した場合、コンデンサー（５）は必要なく、減圧発生装置の排ガスとしては液シールタンク（６）の気相部からの排ガスが使用される。また、液封式ポンプを使用した場合は、駆動液（水）の回収・循環用密閉タンクの気相部からの排ガスが使用される。

【００２１】

【発明の効果】

以上説明した本発明によれば、粗製易重合性化合物を減圧条件下に蒸留処理し

て精製易重合性化合物を製造する方法において、圧力調節弁の閉塞が防止され、しかも、減圧発生装置の排ガスに同伴された易重合性化合物を容易に回収し得る様に改良された精製易重合性化合物の製造方法が提供され、本発明の工業的価値は顕著である。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明の製造方法で使用する蒸留装置の一例を示す説明図

【図 2】

本発明の製造方法で使用する蒸留装置の他の一例を示す説明図

【図 3】

本発明の製造方法で使用する蒸留装置の更に他の一例を示す説明図

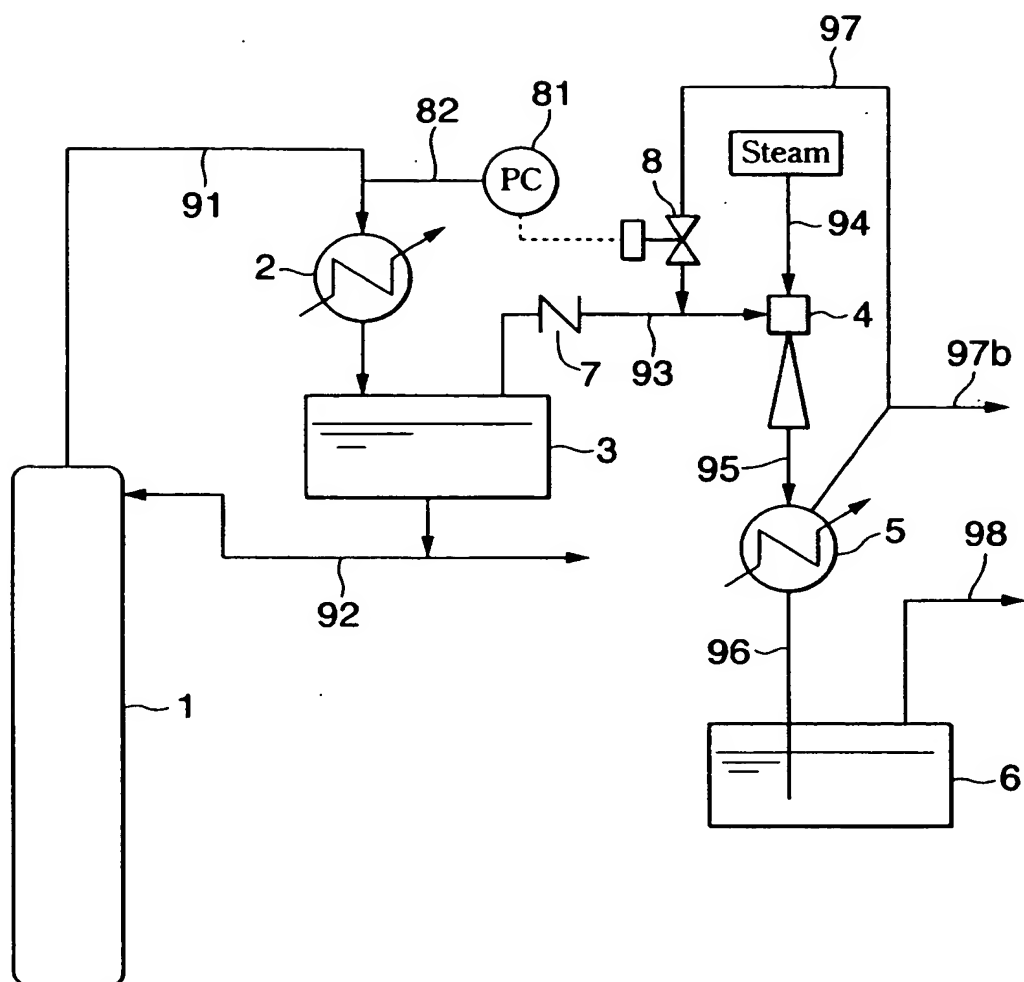
【符号の説明】

- 1：蒸留塔
- 2：コンデンサー
- 2 1：コンデンサー
- 3：還流槽
- 4：エジェクター
- 5：コンデンサー
- 6：液シールタンク
- 7：逆止弁
- 8：圧力調節弁
- 8 1：圧力調節器
- 8 2：検出管
- 9 7：排ガス配管

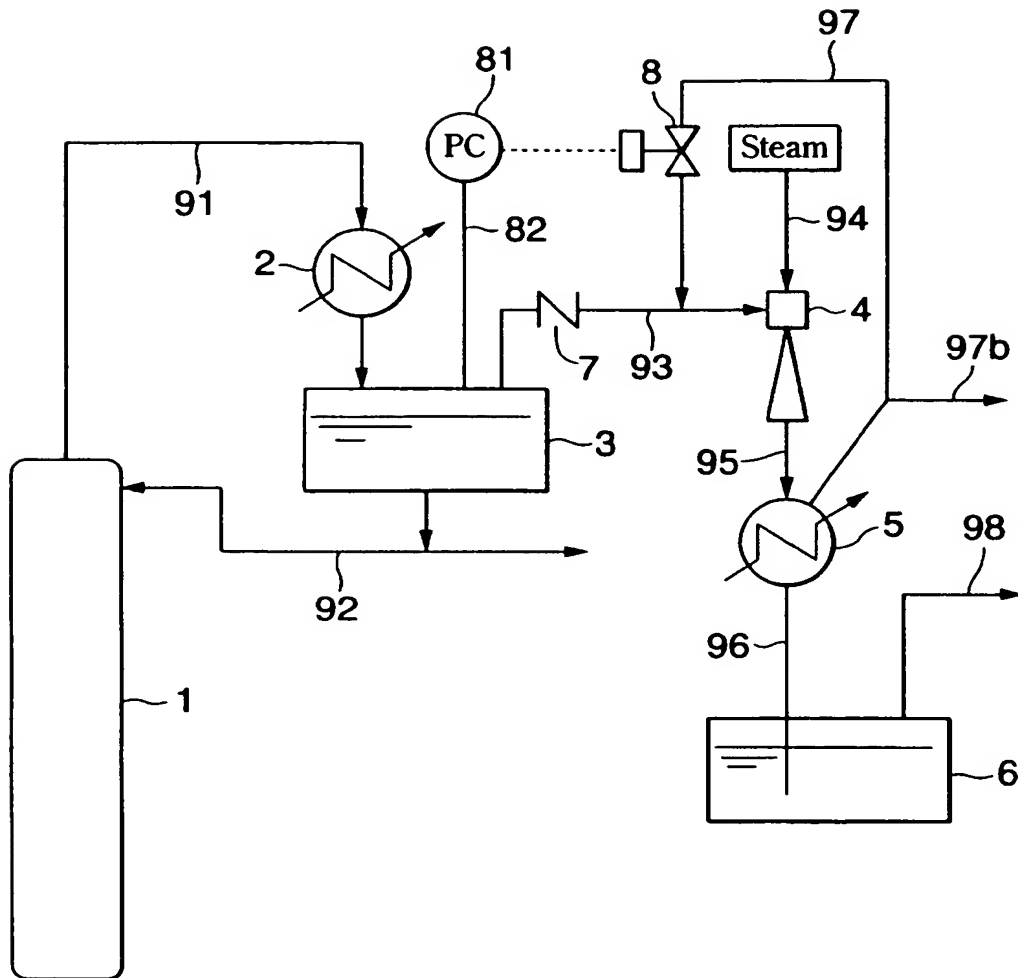
【書類名】

図面

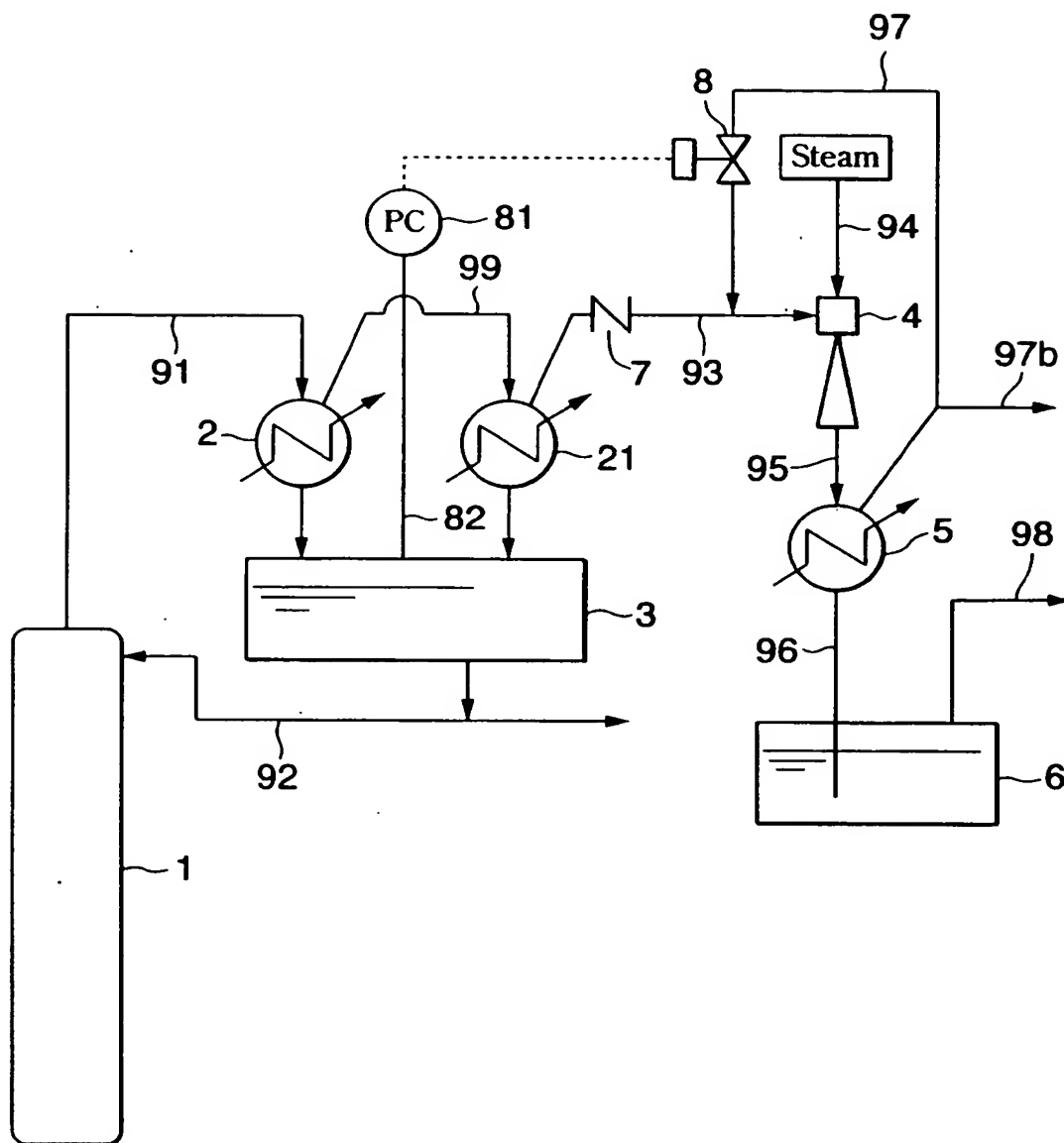
【図 1】



【図 2】



【図 3】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】粗製易重合性化合物を減圧条件下に蒸留処理して精製易重合性化合物を製造する方法において、圧力調節弁の閉塞が防止され、しかも、減圧発生装置の排ガスに同伴された易重合性化合物を容易に回収し得る様に改良された精製易重合性化合物の製造方法を提供する。

【解決手段】蒸留塔（１）と減圧発生装置（４）との間の連結配管（９３）に減圧発生装置（４）の排ガス配管（９７）が圧力調節弁（８）を介して接続されて成る蒸留装置を使用し、そして、蒸留塔（１）の圧力に基づいて圧力調節弁（８）の作動を制御することにより、排ガスの導入量を調節して蒸留塔（１）の圧力を一定範囲に制御する。

【選択図】 図１

特願 2 0 0 2 - 0 0 4 3 1 8

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 5 9 6 8]

- | | |
|----------|-----------------------|
| 1. 変更年月日 | 1 9 9 4 年 1 0 月 2 0 日 |
| [変更理由] | 名称変更 |
| 住 所 | 東京都千代田区丸の内二丁目 5 番 2 号 |
| 氏 名 | 三菱化学株式会社 |
| 2. 変更年月日 | 2 0 0 3 年 1 0 月 1 0 日 |
| [変更理由] | 住所変更 |
| 住 所 | 東京都港区芝五丁目 3 3 番 8 号 |
| 氏 名 | 三菱化学株式会社 |